# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-255703

(43)Date of publication of application: 21.09.2001

(51)Int.CI.

G03G 9/087 G03G 9/08

(21)Application number : 2000-069965

(71)Applicant: FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing:

14.03.2000

(72)Inventor: MATSUMURA YASUO

YOSHIZAWA HISAE MAEHATA HIDEO SUWABE MASAAKI SUMIKURA YASUO

(54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER AND METHOD OF MANUFACTURING THE SAME. DISPERSION LIQUID OF RESIN FINE PARTICLE. DISPERSION LIQUID OF RELEASE AGENT, ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPER AND METHOD OF FORMING IMAGE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrostatic charge image developing toner and an electrostatic charge image developer showing excellent developing and transferring performance and excellent performance stability and high reliability for high picture quality, and to provide a method of manufacturing them and a method of forming an image.

SOLUTION: The electrostatic charge image developing toner has ≤1.27 grain size distribution index GSDpS in the small diameter side in the number distribution of the particle size. The GSDpS is defined by GSDpS=D50p/D16p, wherein D50p is the particle size of the particle corresponding to 50% accumulation in number in the distribution of the particle size and D16p is the particle size of the particle corresponding to 16% accumulation in number from the smaller particle size in the distribution of the particle size.

# LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

23.01.2004

[Date of sending the examiner's decision of

02.08.2005

rejection]

Kind of final disposal of application other than

the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of 2005-16699

[Date of requesting appeal against examiner's

01.09.2005

decision of rejection]
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開發号

特開2001-255703 (P2001-255703A)

(43)公開日 平成13年9月21日(2001.9.21)

(51) Int.CL?		織別記号	FΙ			ラーマコード(参考)
G03G	9/087		G03G	9/08	365	2H005
	9/08	365			381	

審査請求 未請求 請求項の数7 〇L (全 15 頁)

(21)出願番号	特顯2000-69965(P2000-69965)	(71)出顧人	000005496
			富士ゼロックス株式会社
(22)出顧日	平成12年 3 月14日 (2000. 3. 14)		東京都港区赤坂二丁目17春22号
		(72) 発明者	松村 保雄
			神奈川県南足柄市竹松1800番地 富士ゼロ
			ックス株式会社内
		(72)発明者	宮沢 久江
			神奈川県南足柄市竹松1800番地 富士ゼロックス株式会社内
		(74)代理人	100079049
			弁理士 中島 淳 (外3名)
			最終質に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷線現像用トナー及びその製造方法、樹脂磁粒子分核液、離盤剤分核液、静電荷像現像用現 像剤、並びに画像形成方法

#### (57)【要約】

【課題】 すぐれた現像、転写性能をもたらし、すぐれた性能安定性及び高画質高信頼性をもたらす静電荷現像用トナー、静電荷現像用現像剤及びそれらの製法、並びに画像形成方法の提供。

【解決手段】 粒径の数分布における小径側粒度分布指標 GSDpSm1. 27以下であることを特徴とする静 電荷 保護 (R) は R の

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 以下の式によって表される粒径の数分布における小径側位度分布指標GSDpSが1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー:

GSDpS=D50p/D16p

(式中、D50pは粒径の数分布における素積50%となる粒径値であり、D16pは粒径の数分布における小径側から累積16%となる粒径値である)。

【語求項2】 少なくとも結者樹脂粒子を含む第1の粒子を分散させた分散液を用意する工程。該第1の粒子を 10 起泉して凝集粒子を得る工程、及び該凝集粒子を加熱して融合させて静電荷像現像用トナーを得る工程を育する静電荷像現像用トナーの製造方法であって、該静電荷像現像用トナーは、以下の式によって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標GSDpSが1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法:

GSDpS=D50p/D16p

(式中、D50pは粒径の数分布における蒸請50%となる粒径値であり、D16pは粒径の数分布における小径側 20から累積16%となる粒径値である)。

【請求項3】 結者樹脂粒子のゼータ電位が、pH2. 5の分散液中で-50mV以下であることを特徴とする 樹脂微粒子分散液。

【請求項4】 整型剤粒子を分散させた離型剤分散液であって、離型剤粒子の体積平均粒径が100mm以上300mm以下の範囲にあり、かつ以下の式で表される粒径の体積分布における小径側粒度分布指標GSDVLともに2.0以下であることを特徴とする離型剤分散液:

GSDVS = D50V/D16V

(式中、D 50×は粒径の体積分布における素積5 0%となる粒径値であり、D 16×は粒径の体積分布における小径側から素積 1 6%となる粒径値である)

GSDVL = D50V/D84V

(式中、D 50×は粒径の体積分布における原積5 0%となる粒径値であり、D 84×は粒径の体積分布における小径側から原積8 4%となる粒径値である)。

【請求項3】 請求項3に記載の制脂微粒子分散液、及び/または、請求項4に記載の離型削分散液を用いることを特徴とする請求項2に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【語求項6】 静電荷像現像用トナーとキャリアとからなる静電荷像現像用現像剤であって、該静電荷像現像用 トナーは、以下の式によって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標GSDpSが1.27以下であることを特徴とする静電荷像現像用現像剤:

GSDpS=D50p/D16p

《式中、D 50p は粒径の数分布における素績 5 0 %とな ックスなどの離型剤を内添してトナー化する場合。熱可る粒径値であり、D 16p は粒径の数分布における小径側 50 塑性樹脂との組合せにもよるが、トナー表面に能型剤が

から累積16%となる粒径値である)。

【請求項7】 静岡市担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤で静電潜像を現像してトナー画像を現像剤担持体上に形成する工程、および前記トナー画像を転写体上に転写する工程をむ画像形成方法であって。前記現像剤が、静岡荷像現像用トナーであるが又は該静電高像現像用トナーとキャリアとからなり。該静電高像現像用トナーは、以下の式によって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指標GSDpSが1、27以下であることを特徴とする画像形成方法:

GSDpS=D50p/D16p

(式中、D50pは粒径の数分布における素積50%となる粒径値であり、D16pは粒径の数分布における小径側から累積16%となる粒径値である)。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法または 静電記録法等により形成される静電潜像を現像剤により 現像する際に用いられる静電荷像現像用トナー及びその 製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】電子写真法など静電荷像を経て画像情報を可視化する方法は、現在緩々な分野で利用されている。電子写真法は、帯電、離光工程により感光体上に静電荷像を形成し、トナーを含む現像剤で静電潜像を現像し、転写、定着工程を経て画像を可視化する方法である。ここで用いられる現像剤には、トナーとキャリアとからなる2成分現像剤と、磁性トナーまたは非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とがある。トナーの製法は通常、熱可塑性制脂を頗料、帯電制御剤、ワックスなどの経型剤とともに溶融混錬し、冷却後、微粉砕し、さらに分級する混練粉砕法が使用されている。これらトナーには、必要であれば流動性やクリーニング性を改善するための無機微粒子又は有機微粒子をトナー粒子表面に添加することもある。

【0003】通常の復複紛砕法では、トナー形状及びトナーの表面構造は、不定形であり、使用材料の紛砕性や粉砕工程の条件により微妙に変化する。したがって、所整のトナー形状及び表面構造に制御することは一般に困難である。また、特に粉砕性の高い材料をトナーとして用いる場合、現像機中における機械力などにより、さらに微粉のトナーの発生を紹いたり、トナー形状の変化を招いたりすることがしばしばである。これらの影響により、2成分現像剤においては、該微粉がキャリア表面に固着して現像剤の帯電劣化が加速されたり、1成分現像剤においては、粒度分布が拡大してトナー飛散が生じたりするなど、トナー形状の変化による現像性の低下が生り、その結果、画質の劣化が生じやすくなる。また、ワックスなどの健型剤を内添してトナー化する場合、熱可受性樹脂との組合せにもよるが、トナー表面に影型剤が

露出し、これが影響を及ばすこともある。特に、高分子 置成分により弾性が付与されたやや紛砕されにくい樹脂 とポリエチレンのような脆いワックスとの組合せでは、 トナー表面にポリエチレンの露出が多く見られる。これ ちは定着時の鬱型性や感光体上からの未転写トナーのク リーニングには有利であるが、表層のポリエチレンが機 械力により種々の部材に容易に移行するため、現像ロー ルや感光体、キャリアの汚染を生じやすくなり、信頼性 の低下につながる。

3

【0004】また、トナー形状が不定形であるため、流 10 動性助剤を添加しても流動性が充分にもたらされなかっ たり、使用車に機械力によってトナー表面の微粒子がト ナー凹部分に移動して経時的に流動性が低下したりす る。また、流動性助剤がトナー内部に埋没することによ り、現像性、転写性、クリーニング性が悪化する。さら に、クリーニングにより回収されたトナーを再び現像機 に戻して使用するとさらに画質の低下を生じやすい。こ れらを防ぐためにさらに流動性助剤を増加すると、感光 体上への黒点の発生や助剤粒子の飛散が生じるという状 態に陥る。

【10005】近年、トナーを所望なトナー形状及び表面 構造に制御することを可能とする手段として、特開昭6 3-282752号公銀や特闘平6-250439号公 報に、乳化量合凝集法によるトナーの製造方法が提案さ れている。これらは、一般に乳化重合などにより樹脂分 散液を作製する一方、溶媒に着色剤を分散した着色剤分 散液を作製し、2種の分散液を混合し、トナー粒径に相 当する凝集体を形成し、加熱することによって融合合一 化してトナーとする製造方法である。但し、これらの方 法では、トナー表面と内部とが同様の組成となるため、 トナー表面の組成を意図的に制御することは困難であ る。

【()()()(6)上記のように、電子写真プロセスにおいて 様々な機械的ストレス下でトナーが安定した性能を維持 するには、表面への離型剤の露出を抑制したり、表面硬 度を高めたり、表面の平滑性をより高めたりすることが 必要となる。また、離型剤がその性能を発揮するために は、表面に露出しないが、定着時により表面近傍に存在 することが望ましい。

【0007】また、電子写真プロセスにおいてトナーの 40 粒度分布にかかわる問題は数々ある。先に述べたような トナーの機械力による破壊の問題は勿論のこと、元々の トナーの粒度分布が広いと現像の粒度選択性や転写にお ける散らばりの発生、クリーニングのしやすさなどに影 響がでやすい。

【①①08】また、一成分現像における現像ロール、帯 電ロール、帯電ブレードなどの汚染も粒度分布が広いと 起こりやすく、特に微粉側の影響が問題となる場合が多米

(表面性指標値)=(比表面積実測値)/(比表面積計算値)

式II中、(比表面續計算値)=6Σ(n×R¹)/ 50 {p×Σ(n×R¹)}(ただし、n=(コールターカ

\*い。さらに、クリーニングによる回収トナーを再使用す るシステムにおいても粒度分布の広いトナーは信頼性に

【0009】従来、粒度分布に関しては体績、又は数平 均のGSDと呼ばれる指標を主に用いているが、これら 指標でも特に小径トナーの比率の指標として、数平均G SDにおける小径側すその大きさを記述するGSDpS = D 5Gp / D 16p という指標が重要であることが判明し てきた。

#### [0010]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来のトナ における上記問題点を解消し、以下のそれぞれの目的 又は以下の目的の種々の組合せを達成する静電荷像現像 用トナー及びその製造方法、静電商像現像用現像剤、並 びに画像形成方法を提供するものである。

【①①11】即ち、本発明の目的は、

- 1) すぐれた現像、転写性能を提供することにある。
- 2) すぐれた性能安定性を得、高面質高信頼性を提供す るととにある。
- 26 3)キャリア汚染を起こしにくく長寿命な2成分現像剤 を提供することにある。
  - 4) 高い転写効率により、トナー消費量の少ない現像剤 を提供することにある。
  - 5) 現像ロール、帯電ロール、帯電ブレードなどの汚染 をひき起こしにくい1成分トナーを提供することにあ
  - 6) クリーナーから回収されたトナーを再使用するシス テム、即ちトナーリサイクルシステムに用いることがで きるトナー又は現像剤であって、かつ高い信頼性をもた らすトナー又は現像剤を提供することにある。
  - 7) クリーニング機構を育しないシステム、即ちクリー ナーレスシステムにおいて、高画質を提供することにあ る。

#### [0012]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意検討 の結果、以下の<1>~<15>により、上記目的を達 成できることを見出した。即ち、<1> 以下の式!に よって表される粒径の数分布における小径側粒度分布指 標GSDPSが1.27以下であることを特徴とする静 弯荷像現像用トナー。

[0.013]GSDpS=D50p/D16p式工。 (式中、D 50p は粒径の数分布における素積50%とな る粒径値であり、D15pは粒径の数分布における小径側 から累積16%となる粒径値である)。

【① 0 1 4 】 < 2 > 上記 < 1 > の静電商像現像用トナ ーにおいて、さらに以下の式!」で表される表面性指標 値が2、0以下であるのがよい。

### 式!!.

ウンターにおけるチャンネル内の粒子数)、R=(コー ルターカウンターにおけるチャンネル粒径 > 、及び p = (トナー密度) である。)。

5

【0015】<3> 少なくとも結着樹脂粒子を含む第 1の粒子を分散させた分散液を用意する工程、該第1の 粒子を凝集して凝集粒子を得る工程。及び該凝集粒子を 加熱して融合させて静電荷像現像用トナーを得る工程を 有する静電荷像現像用トナーの製造方法であって、該静 電荷像現像用トナーは、上記式!によって表される粒径 の数分布における小径側粒度分布指標GSDpSが1... 27以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー の製造方法。

【0016】<4> 上記「第1の粒子を分散させた分 散波を用意する工程」と、「該第1の粒子を凝集して凝 集粒子を得る工程」との間には、第1の分散液とは肌 に、着色剤を少なくとも含む第2の粒子を分散させた第 2の分散液を用意する工程、及び、前記第1の分散液と 第2の分散液とを混合して混合粒子を得る工程とを有 し、上記「経集粒子を得る工程」が、混合粒子を凝集し て疑集粒子を得る工程であることが好ましい。

<5> 上記<3>または<4>の静電商像現像用トケ ーの製造方法において、静電高像現像用トナーは、上記 式 I I で表される表面性指標値が2. 0以下であるのが J. 63.

【0017】<6> 結着樹脂粒子のゼータ電位が、p 員2. 5の分散液中で-50mV以下であることを特徴 とする樹脂微粒子分散液。

<7> 離型剤粒子を分散させた離型剤分散液であっ て、鬱型剤粒子の体積平均粒径が100mm以上300 nm以下の範囲にあり、かつ以下の式 I ! ! で表される 30 粒径の体績分布における小径側粒度分布指標GSDvS 及び以下の式IVで表される大径側位度分布指標GSD v しともに2. り以下であることを特徴とする鍵型剤分 散液:

[0018]

GSDvS=D50v/D16v 式II i。

(式中、D 50 v は粒径の体積分布における素積 5 0 % と なる粒径値であり、D16Vは粒径の体積分布における小 径側から素積16%となる粒径値である)

[0.019]GSDvL = D50v/D84v式IV。 (式中、D 50v は粒径の体積分布における気積50%と なる粒径値であり、D84×は粒径の体積分布における小 径側から素積84%となる粒径値である)。

【0020】<8> 上記<3>~<5>のいずれかの 静電荷像現像用トナーの製造方法において、<6>の樹 脂微粒子分散液、及び/または、<7>の離型剤分散液 を用いることが好ましい。

【0021】<9> 上記<4>または<5>の静電荷 像現像用トナーの製造方法において、第1の分散液及び

分散液を用意する工程を育し、複合粒子を得る工程にお いて、該第3の分散液を第1の分散液及び第2の分散液 と混合し混合粒子を得るのがよい。

5

【0022】<10> 上記<9>の静電荷像現像用ト ナーの製造方法において、第3の分散液が<7>の離型 剤分散液であることが好ましい。

【0023】<11> 上記<4>. <5>、<8>~ <10>のいずれかの静電荷像現像用トナーの製造方法 において、第2の分散液中の着色剤を含む第2の粒子の 19 体積平均粒径が70 n m以上250 n m以下であるのが £63.

【0024】<12> 静電高線現像用トナーとキャリ アとからなる静電前像現像用現像剤であって、該静電荷 像現像用トナーは、上記式」によって表される粒径の数 分布における小径側粒度分布指標GSDpSが1.27 以下であることを特徴とする静電商像現像用現像剤。 <13> 上記<12>の静電前像現像用現像剤におい

て、静電前像現像用トナーは、上記式 11で表される表 面性指標値が2. ()以下であるのがよい。

【①①25】<14> 静電荷担鈴体上に静電潜像を形 成する工程、現像剤で静電潜像を現像してトナー画像を 現像剤担待体上に形成する工程、および前記トナー画像 を転写体上に転写する工程を含む画像形成方法であっ て、前記現像剤が、静電荷像現像用トナーであるか又は 該静電高像現像用トナーとキャリアとからなり、該静電 **満像現像用トナーは、上記式!で表される粒径の数分布** における小径側位度分布指標GSDoSが1.27以下 であることを特徴とする画像形成方法。

<15> 上記<14>の画像形成方法において、静電 | 前像現像用トナーは、上記式!! で表される表面性指標 鐘が2. (以下であるのがよい。

[0026]

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。 本発明の静電荷像現像用トナーとは、単独で1成分現像 剤として用いても、キャリアと共に2成分現像剤として 用いてもよい。本発明の静電高像現像用トナーは、上記 式工で表される粒径の数分布における小径側粒度分布指 標GSDpSが1.27以下、好ましくは1.26以 下、より好ましくは1、25以下であるのがよい。

【0027】トナーの現像及び/又は転写性能において 一般に、その微粉含有比率は、性能、信頼性の点から極 めて大きな影響を有する。即ち、従来より知られている ように、小径トナーの付着力が大きいため、静電気的制 御が困難となりやすく、2成分現像剤を用いる場合はキ ャリア上に残留しやすい。繰り返し機械力を与えられる と、キャリア汚染を招き、結果としてキャリアの劣化を 促進する。また、小径トナーは付着力が大きいため、現 像効率の低下も発生し、結果として画質欠陥が生じる。 転写工程では、感光体上に現像されたトナーのうち、小 第2の分散液とは別に、能型剤粒子を分散させた第3の 50 径成分の転写が困難になりやすく、結果的に転写効率が 悪くなり、排トナーの増加や、画質不良などが生じる。 【0028】上記式!で表されるGSDpSは、上記問 題点を解決するために、本発明者らが見出した指標であ る。即ち、その値が上記範囲にあると、上記問題点を解 決できることが判明した。

【①029】該トナーの製造方法は、得られるトナーの GSDpSが上記範囲にあれば、その製法は制限される ものではなく、従来の混錬紛砕法によって得られたトナ ーであっても、壁碣宣合を用いて粒子化して得られたト って得られたトナーであってもよい。例えば、従来の復 線紛砕法の場合、粉砕後に得られたトナーを多数回に亘 って分級操作を行うのがよい。

【0030】また、例えば壁欄重合により、スチレンな どの単置体、顔斜、及びワックスなどを水中でせん断す ることにより分散した後、加熱重合し、粒子化するトナ 一製法を用いてもよい。この場合、混錬粉砕法と同様に 機械力(せん断力)による粒子化が支配的であるため、 得られた粒子の粒度分布が広くなりがちである。したが と同様に、分級操作を行うのがよい。

【0031】また、このように、鍛練力に依存せずに微 粉粒度分布の狭いトナーの製造方法として、分散重合と よばれる方法がある。この方法は、単量体を溶解する媒 体中で粒子を折出重合させる方法である。この方法は、\*

(表面性指標値)=(比表面積実測値)/(比表面積計算値)

式 I I 中、 (比表面續計算値) = 6 Σ (n×R<sup>i</sup>) /  $\{\rho \times \Sigma \{n \times R'\}\}$  であり、nは(コールターカウ ンターにおけるチャンネル内の粒子数)であり、Rは (コールターカウンターにおけるチャンネル粒径)であ り、かつ ρは (トナー密度) である。即ち、(比表面積 計算値)は、粒度分布を考慮した上で、球換算比表面積 を計算している。

【0035】また、式!【において、(比表面積実測 値)はBET法により得られた実測値である。これらの 値から得られる表面性指数値は、得られた粒子が完全平 滑球である場合、原理的には1.0となる。但し 実際 は、粒度分布又はBET比表面積測定に誤差が存在し、 1. 0以下の値となることもある。

【0036】トナーは通常、平均粒径200mm以下の 微小なシリカや酸化チタンまたは樹脂などの無機微粒子 または有機微粒子を表面に付着させてなる。これによ り、トナーそのものの流動性のみならず、トナーの感光 体や中間転写体への実際の接触面積を減少させて、転写 性の改善、ついてはべた部の濃度均一性、細線再現性の 改善などを行う。このとき、トナー表面が平滑でない場 台、これらの微小粒子は、現像時のトナー凹部に容易に 移動し、目的の効果を得ることができなくなる。したが って、特に、7μm以下のような小径トナーの場合、表 面性指標値が上記範囲にあるのがよい。

\* 重合媒体として多量の有機溶剤を必要とすることやトナ ー着色の手段の限定が生じるなどの課題はあるが、この 方法によって得られたトナーであってもよい。

8

【()()32】さらに、乳化重合凝集法によるトナーの製 造方法が提案されている。この製法によって得られたト ナーであってもよい。これらは、特開昭63-2827 52号公銀や特開平6-250439号公銀に開示され ており、狭い敵紛粒度分布を実現できる製法である。こ の方法は一般に、乳化重合などにより樹脂分散液を顕製 ナーであっても、いわゆる分散重合とよばれる製法によ。10。する一方、別個に溶媒に着色剤を分散させた着色剤分散 液を調製し、これらの分散液を混合し、トナー粒径に相 当する凝集体を形成し、匍熱することによって融合合一 しトナーとする製造方法である。なお、この製法におい て、所望により、トナーに能型剤を含有させることもで きる。この場合、樹脂分散液及び着色剤分散液とは別個 に、鑑型剤を分散させた鑑型剤分散液を調製し、これを 上記分散液と混合し、その後に凝集体を形成するのがよ

【0033】また、本発明の静電商像現像用トナーは、 って、上記範囲を満たすトナーを得るには、複錬粉砕法 20 上記GSDpSの他に、式IIで表される表面性指標値 が2、0以下、好ましくは1、8以下、より好ましくは 1. 6以下であるのがよい。即ち、この表面性指標値 は、トナー表面が平滑であることを示す指標であり、式 「【で表される。

[0034]

### 式!!.

【0037】表面性指標値は、凝集粒子の融合時の条件 や洗浄条件に依存する。また、表面性指標値は、上述の 分散液を用いる乳化重合凝集法において、結着樹脂粒 30 子、顔料などの着色剤、及び離型剤などの分散粒子その 他の諸条件に依存する。これらの諸条件が、以下の要件 を満たすのがよい。

【0038】即ち、結者樹脂粒子は、該結者樹脂粒子が 分散される分散液中であって該液のpHが2.5である 分散液中で、結着樹脂粒子のゼータ電位が、−50mV 以下、好ましくは-55mV以下であるのがよい。下限 は明らかではないが、-55mV~-100mVの範囲 ではほぼ同様の効果がみられ、凝集粒子の狭粒度分布化 に寄与する。また、上記範囲の分散液は、分散安定性が 良好となり、保存安定性に優れる。結着樹脂粒子の粒径 は、100mm~400mmであるのがよい。但し、上 述のゼータ電位の方が、凝集粒子の狭粒度分布化に寄与 する。なお、凝集粒子に小径側微粒子が少ないととは原 理的に先に定義した表面性指標も良化する方向となる。 【0039】一般に、上述の分散液を用いる乳化重合器 集法において、結者樹脂粒子、顔料などの者色剤粒子、 ワックスなどの能型削粒子は、水を含む分散液中で電荷 を有する微粒子となる。とれらの微粒子を反対の電荷を 有する凝集剤で凝集するか、又は各粒子の極性を異なら 50 せる電荷打ち消しを行うかなどにより、凝集を行う。し (5)

たがって、この方法は基本的に、電荷による相互作用 が、得られる凝集粒子の粒度分布に大きく寄与する。な お、粒子の流動状態、系の均一性、温度の均一性を支配 する因子としての媒体へのせん断力は2次的要因とな る。よって、粒度分布を支配する電荷的相互作用とし て、上記ゼータ電位を定量的な指標として用いるのが好 ましい。ゼータ電位は、各位子の有する電荷指標」およ び粒子そのものの大きさに依存する。

【0040】トナーに離型剤を含有させる場合であっ て、該離型剤を分散液で供給する場合、該離型剤の分散 10 液中での体積平均粒径が100mm以上300mm以 下、好ましくは100~250nm。より好ましくは1 00~200nmの範囲にあるのがよい。

【0041】体積平均粒径の値が低すぎると(100m m以下となると)、ワックスなどの健型剤が結着樹脂中 に祖溶しやすくなってトナー化後の定着時に離型効果が 着しく小さくなる傾向にある。また、結者樹脂のTgが 低下して、粉体流動性に問題が生じる傾向にある。一 方、体積平均粒径の値が高すぎると(300 nm以上で は) と凝集台一時のGSDが悪化する傾向にある。ま た。表面に離型剤が露出する傾向にあり、これにより表 面性指標が悪化し、結果として粉体流動性の悪化や転写 効率の低下が生じる傾向にある。

【りり42】また、分散液中での該離型剤の粒子は、以 下の式!!」で表される粒径の体積分布における小径側 粒度分布指標GSDvS及び以下の式IVで表される大 径側粒度分布指標GSDVLともに2.0以下、好まし くは1.8以下であるのがよい。

[0043]

GSDVS = D50V/D16V式IIi。

式 I I 「中、D50v は粒径の体積分布における累積50 %となる粒経値であり、D16vは粒径の体積分布におけ る小径側から累積16%となる粒径値である。

[0044]

GSDVL = D50V/D84V式IV。

式IV中、D50vは粒径の体積分布における累積50% となる粒径値であり、D84Vは粒径の体積分布における 小径側から素積84%となる粒径値である。

【0045】GSDvSが大きすぎると、離型剤が結着 樹脂中に相溶しやすくなってトナー化後の定着時に離型 46 効果が著しく小さくなる傾向にある。一方、GSDVL が大きすぎると、粗粉の影響により凝集台一時のGSD が悪化しやすくなるとともに、表面に健型剤が認出する 傾向にあり、紛体流動性の悪化や転写効率の低下が生じ る傾向にある。また、上記分散状態の分散液は、組大粒 子や凝集粒子の沈降の発生が無く、長期にわたり分散安 定性を保つことができる。また、分散安定性にも優れた ものとなる。なお、離型剤に用いられる材料は後述する が、これらの値は、離型剤としてワックス機制脂を用い る場合に特に効果的である。

【0046】着色剤粒子は、分散液中でのその粒度分布 を副御するのがよい。顔斜などの着色剤を分散させた分 散液中で、該着色剤粒子の体積平均粒径が70mm以上 250nm以下、好ましくは80~200nm、より好 ましくは90~150mmであるのがよい。

【0047】体積平均粒径が大きすぎると(250nm を超える場合は)、特にシアン、マゼンタ、イエローな どのカラートナーの場合。画像形成後の透明性が低下す る傾向にあり、特にトランスペアレンシーなどに使用し た場合、濁った表示状態となって好ましくない。また、 凝集合一工程においてGSD、特にGSDpSが悪化 し、上記問題が発生する傾向にある。

【0048】また、体補平均粒径が小さすぎると(70 nm以下となった場合)。トナーの合一時に合一阻害効 果をもつことになり、形状の制御が困難になる傾向にあ る。また、上述の表面性指標が悪化し、トナーの表面が 荒くなり、外添剤などを使用した場合の効果が小さくな り、流動性が悪化したり、背景部がかぶりやすくなる顔 向にある。

【①①49】トナーの製造方法、特に乳化重合凝集法を 用いるトナーの製造方法において、上記要件の一部、ま たは全てを満たすと、GSDpSが1.27以下という 狭粒度分布のトナーを、分級などの余分な操作なしに、 比較的容易に得ることができる。

【0050】なお、上記結着樹脂粒子のゼータ電位は、 1) 乳化重合凝集法に用いる界面活性剤の置及び/又は i) 重合に用いるビニル系単置体に解離性の高分子酸 などを混合して重合時に共重合体として樹脂粒子に取り 込ませること、並びに!ii)重合開始剤の使用量によ って樹脂の高分子末端に残留する硫酸基、スルホン酸基 置を調整することによって、その値を制御することがで きる。

【0051】 鬱型剤、特にワックス様樹脂を、水を含む 液に分散させて分散液を得るには、加熱吐出型のホモジ ナイザー (ゴーリンホモジナイザー (盟和商事社製)な ど)を用いるのが極めて有効である。また、粒度及びそ の分布の調整は、使用する分散剤の量、温度、圧力、分 散パス回数などに依存する。

【0052】顔斜などの着色剤を分散させるには、上記 と同様の分散機を用いることができる。また、この場合 も、粒度及びその分布の調整は、使用する分散剤の量、 圧力、分散パス回数などに依存する。顔料などの着色剤 は、ボールミル、サンドミルなどを用いて液中に分散さ せることができる。この場合、粒度及びその分布の調整 は、分散時間、使用する分散剤の置、メディア材種、置 などに依存する。

【0053】本明細書において、ゼータ電位は、以下の ような条件で測定した。即ち、電気泳動光散乱光度計 LEZA600 (大塚電子(株)製)を用い、その測定 50 条件を次のようにした。測定条件:10mMのNaC!

水溶液中に試料を超音波分散(0.01%)し、0.1 NのHCLaptaよび0.1N NaOHapを用いて試料のpHを調整後、印加電圧80Vにて測定を行った。【0054】また、本明細書において、ワックスなどの離型剤、顔料などの着色剤の粒径、粒径分布の測定は以下のように行った。即ち、日機装マイクロトラックUPAを用い、測定温度として23℃恒温消を使用し、測定時間を300秒、測定回数:1回、媒体:水(屈折率1.33)、シグナルレベル:0.65~0.75の条件下で測定を行った。

11

【0055】従来より用いられてきた粒度分布の指標、即ち体積GSDV及び数GSDpを、本発明においても簡易的に用いることができる。

体積GSDv=(D84v/D16v)\*//。

数GSDp=(D84p/D16p)\*/\*。

式中. D84は粒度分布における素績84%となる粒径値であり、V及びpはそれぞれ体績粒度分布及び数粒度分布を意味する。また、式中. D16は粒度分布における素績16%となる粒径値であり、V及びpはそれぞれ体績粒度分布及び数粒度分布を意味する。

【0056】トナー中の組紛比率が大きいと、画質及び /又は信頼性の低下に関わってくる。上記乳化重合凝集 法を用いるトナー製法の場合、通常の混線粉砕法に比較 して、GSDが1、30以下である(良好なGSDの) トナーが得られやすい傾向にある。しかし、一般に16 μm以上の体積粒子比率が5%以下の場合は、GSDで 管理することが困難となりやすい。また、上記のように 物理化学的な製法では、撹拌不良や、反応容器、捌拌器 に付着した固着分に起因する粗粉の発生はある程度避け られない。これらの粗粉は、転写工程における不均一な。 ギャップ形成の原因となったり、非画像部への散らばり を発生しやすく、画質劣化に大きくかかわる。さらには 現像時におけるトナー飛散の原因ともなるため、機内の 汚染による信頼性低下をも引き起こす。これらの問題 は、高転写効率を実現する球形トナーの場合、組紛が画 像近傍に大きく飛散しやすくにさらに影響が大きくな る。

【0057】したがって、上記製化重合凝集法を用いるトナー製法の場合、これらの租粉を除去するため。粒子形成後に関口が10μmのフィルターバッグやメッシュなどを使い、る過することが有効であり、この認過を必要に応じて多段または繰り返し行うことも効果的である。

【0058】また、粗粉比率の画質への影響は、トナー経が小径であったり、トナー形状が球形に近いほど大きくなる。特に、トナー径が7μm以下である場合及び以下で示すトナー形状係数SF1が100~130である場合、粗粉比率を、上記のようなフィルター又はメッシュなどにより、低減するのがよい。

[0059]

SF1=(ML<sup>1</sup>/A)×(π/4)×100。 式中、MLはトナ-粒子の絶対最大長であり、Aはトナ-粒子の投影面積である。とれらは、主に顕微鏡画像または走査客子顕微鏡画像を画像解析装置によって解析する

12

ことによって数値化することができる。 【0060】ここで、乳化重合凝集法によるトナーの製 造方法をまとめて記載する。この方法は、乳化重合など により樹脂分散液を調製する工程、樹脂分散液とは別個 に溶媒に着色剤を分散させた着色剤分散液を調製する工 10 程、所望により樹脂分散液及び着色剤分散液とは別個に 離型剤を分散させた離型剤分散液を調製する工程を有す る。次いで、得られた樹脂分散液及び着色剤分散液、並 びに所望により鮮型削分散液を混合して、混合粒子を形 成する。その後、該混合粒子を、所望により凝集剤など を添加することにより、凝集させ凝集体を形成する。そ の後、該凝集体を加熱して融合合一し、トナーを得る。 【0061】通常、上述のように、樹脂分散液及び着色 剤分散液、並びに所望により離型剤分散液を一括で混合 する。そのため、得られる凝集体は、2種又は3種の成 20 分が約一に復合された状態となる。この凝集体を合一す ると、通常は、トナー組成が表面から内部まで均一にな る。特に、離型剤を含有する場合、均一混合のため、得 られたトナー表面にも離型剤が存在することになる。<br />
こ の表面に存在する離型剤により、フィルミングの発生が 生じ得る。また、流動性を付与するために添加した外添 剤がトナー内部に埋没するなどの現象が生じやすくな

【①062】そこで、本発明者らは、分散液の混合工程と凝集体形成工程とを1セットとするか、又は混合工程と凝集体形成工程と融合合一化工程とを1セットとし、これらのセットを複数回繰り返す工程を設けることを見出した。

【りり63】とのようなセットを複数回繰り返すこと を、以下により具体的に説明する。なお、説明を簡略化 するため、第1の粒子を第1の濃度で含む第1の分散液 (以下、Alと略記する)及び第1の粒子を第2の濃度 (第1の濃度とは異なる)で含む第1の分散液(以下、 A2と略記する)、並びに第2の粒子を第1の濃度で含 む第2の分散液(以下、B1と略記する)及び第2の粒 子を第2の濃度(第1の濃度とは異なる)で含む第2の 分散液(以下、B2と略記する)を用いることにする。 【0064】まず、A1とB1とを混合し(第1の復合 工程)、均一に混合したものを凝集させて凝集体11を形 成する(第1の凝集体形成工程)。この凝集体11を母体 凝集粒子とし、この母体凝集粒子を分散させた液に、A 2及びB2を混合する(第2の混合工程)。この混合物 を疑集させて凝集体1122を形成する(第2の凝集体形成 工程)。このようにして得られた起集体1122を加熱して 融合合一化し、トナーを得る。

50 【0065】または、次のような工程を採用することも

13

できる。即ち、上記経集体11を加熱して融合合一化し (第1の融合合一化工程)、母体経集粒子(11)、を得 る。この母体疑集粒子(11)、を分散させた分散液中に、 A2及びB2を混合する(第2の複合工程)。この複合 物を凝集させて凝集体(11)、22を形成する(第2の凝集 体形成工程)。このようにして得られた経集体(11)、22 を加熱して融合合一化し、トナーを得る(第2の融合台 一化工程)。このように第1の融合合一化工程を設ける ことにより、母体粒子が核となり、この核の組成及び物 性を維持したまま、さらにこの核の表面にあらたな粒子 10 を凝集させることができる。

【0066】さらに、これらのセットを複数回線り返す工程中、上記第1及び第2の凝集体形成工程において、 凝集剤の置、バランスを変更するのもよい。即ち、セットを単数回行う際の凝集剤の置、バランスを基準とした 場合。第1の凝集体形成工程において、各極性のイオン 性界面活性剤の量、バランスを該基準から予めずらして おく。ついで、第2の凝集体形成工程において、上記バランスのずれを補填するような極性、量の界面活性剤を 添加する方法を採用することができる。

【0067】上記において、セットを2回繰り返すことを説明したが、3回以上繰り返すことができるのは、当業者であれば容易に想到できるであろう。また、上記において、異なる2種の松子を分散した分散液であって異なる2種の機度の分散液(A1とA2、及びB1とB2)を用いたが、この粒子の種類を3種以上に増やすこと、その機度を3種以上に増やすこと。及び粒子の種類と種々の機度とを様々に組合せて用いることができることは、当業者であれば容易に想到できるであろう。

【0068】とのように、セットを複数回繰り返すこと 30 により、トナー粒子の内部から表面にかけて段階的に組成、物性を変化させることができる。したがって、トナー構造制御を極めて容易に行うことができる。

【りり69】また、これらのセットを複数回繰り返すこ とは、多色のトナーを用いるカラートナーを製造する方 法として用いることができる。例えば、多色のトナーを 用いるカラートナーの場合。第1のセットで勧脂粒子分 散液と顔料粒子分散液を用いて母体凝集粒子を作製し、 第2のセットで樹脂粒子分散液のみを用いてトナーを作 製し、該トナー表面に樹脂層のみを形成する。これによ り顔料粒子が表面に露出しないので、該顔料粒子による 帯電挙動への影響を最小限にすることができる。したが って、顔料の種類による帯電特性の差が出にくいように 制御することができる。また、第2のセットで用いる樹 脂粒子分散液中の樹脂を高いガラス転移点を有するもの に設定すれば、カプセル状にトナーを被覆することがで きる。これにより、熱保存性をもたらずことができ、上 記とあわせて、熱保存性及び定者性を両立することがで きる.

【0070】また、第2のセットで、無機機粒子分散液 SG は、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、ケイ皮

を用いてトナーを作製すると、該トナー表面が無機微粒子で覆われ、無機粒子によりカプセル化された構造を作製することもできる。

14

【① 0 7 1】さらに、第2のセットで、ワックスなどの離型剤粒子分散液を加えて新たな母体粒子を形成し、さらに第3のセットで高硬度の樹脂又は無機粒子を分散させた分散液を用いて最衰面にシェルを形成すれば、ワックスの露出を抑制しながら定着時には有効にワックスが離型剤として作用するように、トナー構造を制御することができる。勿論、第1のセットで母体軽集粒子に離型剤粒子を含有させ、第2のセットで最表面にシェルを形成しワックスの露出を抑制してもよい。

【0072】本発明に用いられる結着樹脂、特に熱可塑 性結着樹脂となる重合体の例として、スチレン、バラク ロロスチレン α-メチルスチレン等のスチレン類;ア クリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロ ピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシ ル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタク リル酸n=プロビル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル 20 酸2-エチルヘキシル等のビニル基を育するエステル類; アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニト リル類:ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエー テル等のビニルエーテル類;ビニルメチルケトン。ビニ ルエチルケトン。ビニルイソプロペニルケトン等のビニ ルケトン類:エチレン、プロピレン、ブタジエンなどの ポリオレフィン類などの単量体などの重合体またはこれ ちを2種以上組み合せて得られる共重合体またはこれら の混合物;さらにエボキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ボ リウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポ リエーテル樹脂等、非ビニル縮合系樹脂、あるいはこれ **ちと前記ビニル系樹脂との混合物やこれらの共存下でビ** ニル系単置体を重合する際に得られるグラフト重合体等 を挙げることができる。

【①①73】ビニル系単量体の場合、イオン性界面活性 剤などを用いて乳化量合やシード量合を実施して樹脂粒 子分散液を作成することができる。その他の制脂の場 合、その制脂が油性であって水への溶解度が比較的低い 溶剤に溶解するものであれば、該制脂をそれらの溶剤に 溶解し、水にイオン性界面活性剤及び/又は高分子障解 質を溶解し、それらと共にホモジナイザーなどの分散機 により水中に微粒子分散するのがよい。その後、加熱ま たは源圧して溶剤を蒸散することにより、制脂分散液を 調製するのがよい。

【0074】解総性ビニル系単置体の例として、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、ケイ皮酸、フマル酸、ビニルスルフォン酸、エチレンイミン、ビニルピリジン、ビニルアミンなど高分子酸、高分子塩基の原料となる単置体をいずれも使用することができる。重合体形成反応の容易性などから高分子酸が好適であり、さらには、アクリル酸、メタクリル酸、フレイン酸、ケノウ

(9)

酸、フマル酸などのカルボキシル基を育する解離性ビニ ル系単置体が重合度制御、ガラス転移点の制御のために

15

【0075】経型剤の例として、ポリエチレン、ポリブ ロビレン、ポリプテン等の低分子置ポリオレフィン類; 加熱により軟化点を有するシリコーン類:オレイン酸ア ミド、エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリ ン酸アミド等のような脂肪酸アミド類;エステルワック ス、カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリ ラワックス、木口ウ、ホホバ油等のような植物系ワック 10 この分散液を上記の乳化重合凝集法を用いるトナーの製 ス;ミツロウのような動物系ワックス;モンタンワック ス、オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マ イクロクリスタリンワックス、マイクロクリスタリンワ ックス、フィッシャートロプシュワックス等のような鉱 -物、石油系ワックス;及びそれらの変性物を用いること

【0076】これらのワックス類などの離型剤は、水中 にイオン性界面活性剤や高分子酸や高分子塩基などの高 分子電解質とともに分散する。その後、用いる鍵型剤の 融点以上に加熱するとともに強い剪断力が付与できるホー26 に:混合粒子の凝集に:または経集体の安定化などに、 モジナイザーや圧力吐出型分散機により微粒子化し、1 μm以下の粒子の分散液を調製することができる。

【りり77】着色剤、及び該者色剤と共に含めることが できる内添剤の例として、カーボンブラック、クロムイ エロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、スレン イエロー、キノリンイエロー、パーメネントオレンジGT R. ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ。 ウオッチ ヤングレッド、パーマネントレッド、ブリリアンカーミ ン38. ブリリアンカーミン68、デイポンオイルレッド、 ピラゾロンレッド、リソールレッド、ローダミンBレー キ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニリンブル ー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチ レンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロ シアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレレー ト、などの種々の顔料:アクリジン系、キザンテン系、 アゾ系、ベンゾキノン系、アジン系、アントラキノン。 系、チオインジコ系、ジオキサジン系、チアジン系、ア ゾメチン系、インジコ系、チオインジコ系、フタロシア エン系、アニリンブラック系、ポリメチン系、トリフェ ニルメタン系。ジフェニルメタン系。チアジン系。チア ゾール系、キサンテン系などの各種染料:などを挙げる ことができる。着色剤は1種単独で、又は複数種類を併 せて使用することができる。

【0078】また、内添削として、フェライト。マグネ タイト、還元鉄、コバルト、ニッケル、マンガン等の金 層、合金、又はこれら金属を含む化合物などの磁性体を 用いることができる。帯電制御剤として4級アンモニウ **ム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミ、鉄、クロム** などの錯体からなる染料やトリフェニルメタン系顔料な ど通常使用される種々の帯電制御剤を使用することもで 50 た。また、このトナーX-1の表面性指標は、3.22

きる。但し、これらの内部剤のうち、凝集や合一時の安 定性に影響するイオン強度の制御と廃水汚染減少の点か ち、水に溶解しにくい材料を用いるのがよい。

16

【0079】無機微粒子の例として、シリカ、アルミ ナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リ ン酸三カルシウムなど通常トナー表面の外添剤として使 うすべてのものを挙げることができる。これらをイオン 性界面活性剤。高分子酸。高分子塩基で分散させること により、無機微粒子の分散液を調製することができる。 法において用いることができる。

【0080】また、通常のトナーと同様に、上記製法で 得られたトナー粒子を乾燥後、シリカ、アルミナ、チタ ニア、炭酸カルシウムなどの無機粒子やビニル系樹脂、 ボリエステル。シリコーンなどの樹脂微粒子を乾燥状態 でせん断をかけて、表面に添加して流動性助剤やクリー ニング助剤として用いることもできる。

【0081】樹脂粒子を形成する乳化重合又はシード重 合に、樹脂粒子、顔料などの着色剤、又は離型剤の分散 界面活性剤を用いることができる。これらの界面活性剤 の例として、確酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン 酸エステル系。せっけん系等のアニオン界面活性剤:及 びアミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン系界 面活性剤:を挙げることができる。また、上記の界面活 (性剤と、ボリエチレングリコール系) アルキルフェノー ルエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の 非イオン性界面活性剤を併用することも効果的である。

【0082】なお、分散のための手段として、回転せん 30 断型ホモジナイザーやメディアを有するボールミル、サ ンドミル、ダイノミルなどの一般的なものを用いること ができる。

【0083】また、樹脂と顔料からなる複合体を用いる 場合、樹脂と顔料を溶剤中に溶解分散した後、上にも述 べたように適当な分散剤と共に水中に分散し、癇熱、減 圧により溶剤を除去して得る方法や乳化重合やシード重 台により作成されたラテックス表面に機械的せんだん。 または電気的に吸着、固定化することにより作成。準備 することができる。これらの方法は、追加粒子としての 顔料の遊離を抑制したり、帯電性の顔料依存性を改善す ることに有効である。

[0084]

【実施例】(実施例1)下記組成を、秤取し、予備復合 後、バンバリーミキサー(神戸製鋼製)にて複錬し、粗 粉砕した。その後、ジェットミルにて粉砕、小型エルボ ージェットにて、粗粉側1回、微粉側2回の分級を実施 して、平均粒径6.8μm、体積GSD1.24.GS DρSが1.27であるブラックトナーX-1を得た。 このトナーX-1の形状係数SF1は、145であっ

(10)

特開2001-255703

であった。

\* \* [0085]

ポリエステル樹脂

17

87重量部

(ビスフェノールA-フマール酸-プロビレンオキシド系)

(花王製試作品、Mw3、2万、Mwi)、7万、ガラス転移点5.7℃)

カーボンブラック リーガル330 (キャボット社製) ハイワックス200P(三井化学製ポリエチレンワックス)

6重重部 絡置重8

【0086】とのトナーX-1に、キャボット観シリカ TS720を0.8重置%外添混合してトナー(X-1) \* を得た。トナー (X-1) \* とキャリアとを、ト ナー濃度が8重量%となるように、混合し、現像剤2- 10 転写効率(%)=用紙上のトナー畳/(用紙上のトナー 1を調製した。ここで、用いたキャリアは、平均粒径5 θμωのフェライトコアにポリメチルメタクリレート (総研化学製)を1重置%コートしたキャリアであっ た。得られた現像剤2-1、及びVS00(富士ゼロッ クス社製)の改造機を用いて、画質評価を行った。 【0087】(評価)以下に用いた画質評価を簡単に説

明する。

(1) ベタ画像の均一性:上記V500改造機により、 現像剤を温度2.2℃及び温度5.5%の環境下で、最終転 写材として富士ゼロックス製Jコート紙を用いて面積率 20 ×:5万枚以上8万枚未満で、画質劣化が生じる。 10%の画像を10万枚出力した。10万枚出力後のベ 夕画像のベタ均一性を、以下の基準を用いて評価した。 [0088]

○: 濃度むらの発生が見られない、

△:わずかに濃度むらが観察される。

×:明らかに濃度むらが観察される。

【0089】(2)画質特性評価:上記(1)と同様な 環境下で、10万枚の画像を出力して10万枚出力後の 画質評価を行った。但し、以下の!) 細線再現性及び! 1) 背景部かぶりに示す条件下で各々の評価を行った。 【0090】(2)-1)細線再現性:感光体上に線幅 50 μmになる様に細線の画像を形成し、それを転写お よび定者した。この転写材上の定着像の細線の画像をV 日-6200マイクロハイスコープ(キーエンス社製) を用いて倍率175倍で観察した。その具体的評価基準 は以下の通りであり、このうち○を許容範圍とした。 [0091]

○:細線がトナーで均一に埋まりエッジ部の乱れなし、 △:細線がトナーで均一に埋まっているが、エッジ部で ぎざぎざが目立つ、及び

×:細線がトナーで均一に埋まっておらず、エッジ部で ぎざぎざが非常に目立つ。

【0092】(2)-ji)背景部かぶり:非画像部に おけるトナーの飛散程度を観察した。その具体的評価基 準は以下の通りであり、このうち○を許容範囲とした。 100931

〇: 肉眼でかぶりが観察されない、

△: 肉眼でかぶりがやや観察される。及び

×:かぶりが暮しい。

【0094】(3) 転写効率: 感光体上から用紙にトナー50 【0100】とれにより、中心径200mm、ガラス転

ーを転写したときの、感光体上に残るトナー量と、用紙 上のトナー量とを用いて、下記式で算出したものを転写 効率の評価とした。

置+感光体上に残るトナー量)×100

【0095】(4)連続複写試験: V500改造機での 連続複写試験を10万枚実施した。詳しくは、画像比率 10%の画像を22℃、55%R目の環境条件で連続復 写した。その具体的評価基準は以下の通りであり、この うち○を許容範囲とした。

[0096]

〇:10万枚においても、画質劣化が生じない。

△:8万枚以上10万枚未満で、画質劣化が生じる、

××:3万枚以上5万枚未満で、画賀劣化が生じる、及

×××:3万枚未満で、画質劣化が生じる。

【10097】とれらの評価の結果、現像剤2-1を用い る実施例1は、転写効率がやや低い(87.5%)が、 鮮明な画像であり、ベタ部の画像の埋まりも良好であ

り、細線再現に乱れもなく、かぶりのない画像であり、 使用可能なレベルの画像が得られた。

【()()98】(実施例2)

30 樹脂分散液A-1の調製:下記の組成を複合溶解したも のを用意した。

スチレン 3000 カープチルアクリレート 100g

アクリル酸 8 g ドデカンチオール 30

【0099】非イオン性界面活性剤ノニボール400 (三洋化成製) 3g、アニオン性界面活性剤ネオゲンS C(第一工業製薬製)5gをイオン交換水250gに溶

解したものに、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化

40 し、単置体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水3 00gにノニポール400を3g、ネオゲンSCを5g 溶解し、10分間ゆっくりと混合しながら界面活性剤水 溶液の窒素置換を行った。その後、界面活性剤水溶液を 7.5 ℃に昇温し、単量体乳化液の5.0%を界面活性剤水 **溶液に適下した。その後、この反応液に過硫酸アンモニ** ウム4gを溶解したイオン交換水50gを投入し、単置 体乳化液の50%を1時間にわたって滴下した。その 後、フラスコ内の内容物を捌拌しながら、オイルバスで 75°Cに保持し、4時間そのまま乳化重合を継続した。

(11)

特闘2001-255703

19

移点53.5°C、重置平均分子置Mw47000、数平 均分子置Mn12500のアニオン性樹脂分散液A-1 を得た。この分散液のゼータ電位を測定したところ、p H2. 5で-55mVであった。

\*【①101】頗料分散液B-1の調製:下記組成を混合 溶解し、ホモジナイザー(【KAウルトラタラックス) と超音波照射により分散し、中心粒径150 nmの青顔 料分散液 B-1を得た。

サイアン顔料 PBIS:3 (銅フタロシアエン 大日本インク製) アニオン性界面活性剤ネオゲンSC イオン交換水。

50 g 5 g 2000

20

【0102】離型剤分散液C-1の調製:下記組成を復 合し、97℃に加熱した後、IKA製ウルトラタラック スT50にて分散した。その後、ゴーリンポモジナイザ 10 クス分散液C-1を得た。

※/cm² の条件で20回処理することで、中心径190 nm. GSDpSが1. 8. GSDpLが1. 5のワッ

ー (盟和商事製) で分散処理し、105℃、550kg※

ポリワックス725

(ポリエチレンワックス(東洋ペトロライト社製))

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

5 g

★の内容物を機評しながら4.8℃まで加熱し、4.8℃で3

イオン交換水

200g

【0103】凝集トナー粒子X-1の調製:下記の組成 を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトラタラックスT 50で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコ内★

0分間保持した。

樹脂分散液 A-1 資料分散液 B-1 200g 30g

營型削分散液C − 1

40g(約8%相当)

ポリ塩化アルミニウム10重量%水溶液

1.5g

(浅田化学社製)

【0104】その後、得られた内容物を光学顕微鏡で観 察すると、約4.5μmの凝集粒子が生成していること が確認された。ここに、樹脂分散液A-1を緩やかに1 ①0g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて 50°Cで1時間保持した。得られた内容物を光学顕微鏡 で観察すると、約5.5 µ mの凝集粒子が生成している ことが確認された。

【0105】その後、ことに1N水酸化ナトリウムを1 5g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力 シールを用いて撹拌を継続しながら85℃まで加熱し、 4時間保持した。冷却後 ろ過し、イオン交換水で充分 洗浄後、乾燥して軽集トナー粒子X-2を得た。この軽 集トナー粒子X-2の粒径をコールターカウンターで測 定すると5. 5 μ m であった。また、体積粒度分布の指 標である体績GSDは1、20であり、GSDpSは 1. 25であり、形状係数SF1は115のほぼ球形で あった。さらに、この凝集トナー粒子X-2の表面性指 40 解したものに、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化 標は1.56であった。

【0106】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-2 にキャボット製シリカTS720を1.2重置%外添液 合しトナー (X-2) を得た。トナー (X-2) と キャリアとを、トナー濃度が8重置%となるように、浸 合し、現像剤2-2を調製した。ここで、用いたキャリ アは、平均粒径50μmのフェライトコアにポリスチル メタクリレート (総研化学製)を1重量%コートしたキ ャリアであった。得られた現像剤2-2、及びVSOO 改造機を用いて、実施例」と同様に、画質評価を行っ

【0107】 画質評価の結果、実施例2の現像剤2-2 を用いると、鮮明かつ緻密な細線再現性を示す。かぶり が皆無の画像が得られた。転写効率を測定すると99. 2%という高い値を示した。また、連続復写試験を10 万枚実施したが、画質の低下はみられなかった。

30 【0108】(比較例1)

勧脂分散液A-2の調製:下記の組成を混合溶解したも のを用意した。

スチレン 300 g

カープチルアクリレート 100 g

アクリル酸 6 c

ドデカンチオール 3 6

【0109】非イオン性界面活性剤ノニポール400 (三洋化成製) 5 g、アニオン性界面活性剤ネオゲンS C(第一工業製薬製)5gをイオン交換水250gに溶

し、単置体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水3 00gにノニポール400を5g、ネオゲンSCを5g 溶解し、10分間ゆっくりと混合しながら界面活性剤水 溶液の窒素置換を行った。その後、75℃に昇温し、単 置体乳化液の5.0%を昇面活性剤水溶液に適下した。そ の後、この反応液に過硫酸アンモニウム3gを溶解した イオン交換水50gを投入し、単置体乳化液の50%を 1時間にわたって満下した。その後、フラスコの内容物 を捌鉾しながらオイルバスで75℃に保持し、4時間そ

50 のまま乳化重合を継続した。

(12)

特開2001-255703

22

【0110】これにより、中心径140mm、ガラス転 移点53.0°C。重置平均分子置Mw55000。数平 均分子置Mn16000のアニオン性樹脂分散液A-2 を得た。この分散液A-2のゼータ電位を測定したとこ 5. pH2. 5で-46mVであった。

21

【①111】実施例2において、樹脂分散液A-1を上 記樹脂分散液A-2に変更した以外、実施例2と同様の 手順を用いて、凝集トナー粒子X-3を調製した。な お、調製の途中で、樹脂分散液A-2を100g追加前 後に得られた粒子を光学顕微鏡で観察したところ、追加 10 前が約4. (μ m であり、追加後が約5. 2 μ m の粒子 の生成が確認された。

【0112】最終的に得られた凝集トナー粒子X-3を コールターカウンターでその粒径を測定すると5. 4 μ mであった。また、体積粒度分布の指標である体積GS Dは1. 25であり、GSDpSは1. 28であり、形 状係数SF1は119のほぼ球形であった。さらに、こ の凝集トナー粒子X - 3の表面性指標は2. 20であっ

【0113】実施例2と同様に、凝集トナー粒子X-3 にキャボット製シリカTS720を1. 2重置%外添混 台しトナー (X-3) \* を得た。トナー (X-3) \* と 実施例2で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重量% となるように、混合し、現像剤2-3を調製した。得ち れた現像剤2-3、及びV500改造機を用いて、実施 例1と同様に、画質評価を行った。

【①114】画質評価の結果、比較例1の現像剤2-3 を用いると、実施例2の現像剤2-2の結果と比較する とやや劣るが、鮮明かつ緻密な細線再現性を示す。かぶ やや不均一が観察された。 転写効率を測定すると95. 2%という実施例2と比較するとかなり低い値が得られ た。また、連続複写試験を実施したが、8万枚でかぶり の発生が観察されたため、中止した。

# 【0115】(実施例3)

樹脂分散液A-3の調製:下記の組成を混合溶解したも のを用意した。

資料分散液 B-2

能型削分散液C-2

ポリ塩化アルミニウム10重置%水溶液 (浅田化学社製)

スチレン 290g n-ブチルアクリレート 110g 樹脂分散液 A-3

【0121】その後、得られた内容物を光学顕微鏡で観 察すると、約5.2μμの凝集粒子が生成していること が確認された。ここに、樹脂分散液A-3を緩やかに1 (()) g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて 52°Cで1時間保持した。得られた内容物を光学顕微鏡 \*アクリル酸  $10 \, \mathrm{g}$ ドデカンチオール 4 6 ジビニルベンゼン 0.48

【0116】非イオン性界面活性剤ノニボール400 (三洋化成製)3g、アニオン性界面活性剤ネオゲンS C (第一工業製薬製) 5gをイオン交換水250gに溶 解したものに、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化 し、単置体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水3 00gにノニポール400を3g、ネオゲンSCを5g を溶解し、10分間ゆっくりと混合しながら界面活性剤 水溶液の窒素置換を行った。その後、75℃に昇温し、 単量体乳化液の30%を界面活性剤水溶液に滴下した。 その後、この反応液に過硫酸アンモニウム5gを溶解し たイオン交換水50gを投入し、単量体乳化液の70% を1時間30分にわたって滴下した。その後、フラスコ の内容物を競拌しながらオイルバスで?5°Cに保持し、 4時間そのまま乳化重合を継続した。

【0117】これにより、中心径180nm、ガラス転 移点52.0°C.重置平均分子置Mw39000.数平 20 均分子量Mn 1 0 5 0 0 のアニオン性樹脂分散液 A - 3 を得た。この分散液A-3のゼータ電位を測定したとこ 方、p日2.5で-66mVであった。

【0118】顔斜分散液B-2の調製:上記顔斜分散液 B-1の調製において、サイアン顔斜をカーボンブラッ クR330 (キャボット製) に代えた以外、分散液B-1と同様の方法により、中心粒径100mmのカーボン 分散液B-2を得た。

【() 1 1 9 】 健型剤分散液 C - 2 の調製:上記離型剤分 散液C-1の調製において、ポリワックス725 (ポリ りが警魚の画像が得られた。但し、ベタ画像の埋まりに「30」エチレンワックス(東洋ベトロライト社製))をFP1 (0) (フィッシャートロプシュワックス 日本精ロウ) に代えた以外、分散液C-1と同様の方法を用いて、中 心径160nm, GSDvSが1.9, GSDvLが 8のワックス分散液C-2を得た。

> 【0120】凝集トナー粒子X - 4 の調製:下記の組成 を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトラタラックス下 50で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコ内 の内容物を撹拌しながら50℃まで加熱し、50℃で3 0分間保持した。

> > 2000

30g

30g(約6%相当)

1. 5 g

ことが確認された。

【0122】その後、ことに1N水酸化ナトリウムを1 5g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力 シールを用いて概律を継続しながら85℃まで加熱し、 4時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分 で観察すると、約6.0μmの経集粒子が生成している 50 洗浄後、乾燥して経集トナー粒子X-4を得た。この経 23

集トナー粒子X-4の粒径をコールターカウンターで測 定すると6.0µmであった。また、体積粒度分布の指 標である体績GSDは1、17であり、GSDpSは、 1.22と極めて狭い粒度分布を示した。形状係数SF 1は118のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナ 一位子X-4の表面性指標は1.50であった。

【1)123】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-4 にキャボット製シリカTS720を1、2重置%外添復 合しトナー (X-4) \*\* を得た。トナー (X-4) \*\* と となるように、混合し、現像剤2-4を顕製した。得ら れた現像剤2-4、及びV500改造機を用いて、実施 例1と同様に、画質評価を行った。

【0124】画鷺評価の結果、実施例3の現像剤2-4 を用いると、鮮明かつ緻密な細線再現性を示す。かぶり が皆無の画像が得られた。転写効率を測定すると99. 9%という高い値を示した。また、連続復写試験を10 万枚実施したが、画質の低下はみられなかった。

【0125】(比較例2)

顔斜分散液B-3の調製:上記顔料分散液B-2の調製 20 と同じ組成を用いた。但し、得られたカーボン分散液B - 3は、その分散液中のカーボンブラック粒子の中心粒 径が260mmであった。

【0126】凝集トナー粒子X-5の調製:実施例3で の凝集トナー粒子X-4の調製において、顔料分散液B -2を顔料分散液B-3に代えた以外、実施例3と同様 な方法により凝集トナー粒子X-5を調製した。得られ\*

(フィッシャートロプシュワックス(日本精口ウ質製)) アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

イオン交換水

【0130】凝集トナー粒子X-6の調製: 箕槌倒3で の凝集トナー粒子X-4の調製において、離型削分散液 ○-2を離型剤分散液○-3に代えた以外、実施例3と 同様な方法により凝集トナー粒子X-6を調製した。な お、調製の途中で、樹脂分散液A-3を100g追加前 後に得られた粒子を光学顕微鏡で観察したところ、追加。 前が約5.5μmであり、追加後が約6.2μmの粒子 の生成が確認された。

【0131】最終的に得られた奏集トナー粒子X-6の 40 が、4万5千枚でカブリが増加し中止した。 粒径をコールターカウンターで測定すると6. 2μmで あった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは 1.25であり、GSDpSは1.32とやや敵紛側に 広い粒度分布を示した。形状係数SF1は120のほぼ 球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-6の表 面性指標は2.88であった。

【0132】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-6 にキャポット製シリカTS720を1.2重置%外添泥 台しトナー(X-6) を得た。トナー(X-6) と 実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重置% 50

\* た凝集トナー粒子X - 5の粒径をコールターカウンター で測定すると6. () μ血であった。また、体積粒度分布 の指標である体積GSDは1.24であり、GSDoS は1.29とやや微粉側に広い粒度分布を示した。形状 係数SFlは116のほぼ球形であった。さらに、この 凝集トナー粒子X-5の表面性指標は2.65であっ 12.

24

【1)127】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-5 にキャボット製シリカTS720を1.2重置%外添泥 案施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重置% 10 台しトナー(X−5) を得た。トナー(X−6) と 実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重置% となるように、混合し、現像剤2-5を調製した。得ら れた現像剤2-5、及びV500改造機を用いて、実施 例1と同様に、画質評価を行った。

> 【0128】画鷺評価の結果、比較例2の現像剤2-5 を用いると、細線再現が途切れた、かぶりの若干見られ る画像が得られた。転写効率を測定すると94.4%と いうやや低い値を示した。また、連続複写試験を行った が、5万枚でカブリが増加し中止した。

【() 129】(比較例3)

離型剤分散液C−3の調製:下記組成を復合し、97℃ に加熱した後、IKA製ウルトラタラックスT60にて 分散した。その後、ゴーリンホモジナイザー(盟和商事 製) で分散処理し、98°C. 350kg/cm²の条件 で5回処理することで、中心経310nm、GSDpS が2.2、GSDpLが2.1のワックス分散液C-3 を得た。

50 g

5 g

200g

となるように、混合し、現像剤2-6を調製した。得ら れた現像剤2-6、及びV500改造機を用いて、実施 例1と同様に、画質評価を行った。

【 () 1 3 3 】 画質評価の結果、比較例3の現像剤 2 - 6 を用いると、やや細線再現が途切れた。ベタの埋まりも 悪い、かぶりの見られる画像が得られた。転写効率を測 定すると93、5%という、球形トナーを用いたとして はかなり低い値を示した。また、連続複写試験を行った

【() 134】 (実施例4)

制脂分散液A-4の調製:下記の組成を混合溶解したも のを用意した。

スチレン 320 g n-プチルアクリレート 80 g アクリル酸 100 ドデカンチオール 5 g

【0135】非イオン性界面活性剤ノニポール400 (三洋化成製) 3g、アニオン性界面活性剤ネオゲンS C (第一工業製薬製) 5gをイオン交換水250gに溶 (14)

特闘2001-255703

26

解したものに、上記溶解物をフラスコ中で分散、乳化し、単量体乳化液を調製した。さらに、イオン交換水 3 0 0 gにノニボール 4 0 0 を 3 g、ネオゲンSCを 5 g 溶解し、1 0 分間ゆっくりと複合しながら界面活性剤水溶液の窒素置換を行った。その後、界面活性剤水溶液を 7 5 ℃に昇温し、単置体乳化液の 5 0 %を界面活性剤水溶液に適下した。その後、との反応液に過硫酸アンモニウム 4 g を溶解したイオン交換水 5 0 g を投入し、単置体乳化液の 5 0 %を 1 時間にわたって滴下した。その

\* 75°Cに保持し、4時間そのまま乳化重合を継続した。 【0136】とれにより、中心径240nm、ガラス転 移点55、2°C、重置平均分子置Mw32000、数平 均分子置Mn10200のアニオン性樹脂分散液A-4 を得た。この分散液のゼータ電位を測定したところ、p H2、5で-71mVであった。

恣液に満下した。その後、この反応液に過硫酸アンモニ 【0137】 類斜分散液 B - 4 の調製: 下記組成を複合 ウム4g を溶解したイオン交換水50gを投入し、単置 溶解し、ボールミル (1しスケールガラスボール、体積 体乳化液の50%を1時間にわたって満下した。その 率35%) により10時間分散し、中心粒径120nm 後、フラスコ内の内容物を撹拌しながら、オイルバスで\*10 のマゼンタ類料分散液 B - 4 を

得た。

マゼンタ顔斜R122 っ

(ジメチルキナクドリン(大日本インク控製))

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

ノートト・大を発出さ

イオン交換水

200g

50g

5g

【0.13.8】 総型剤分散液C=4.0調製: 下記組成を混  $\times 5.6.0 \, k\, g / c\, m^2.0$  の条件で $2.0 \, m$ 処理することで、中台し、加圧下で $1.10\,^{\circ}$  に加熱した後、1.K.A製ウルト ぶ径 $2.10\,n\,m$ 。 GSD v Sが 1.5。 GSD v Lがラタラックス T 5.0 にて分散した。その後、ゴーリンホ 1.70 ワックス 分散液 C=4.6 を得た。 モジナイザー (盟和商率製) で分散処理し、 $1.2.0\,^{\circ}$  に、 $2.0\,^{\circ}$  に

ハイワックス100P

(ポリエチレンワックス(三角化学製))

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

イオン交換水

50g

5 g 2 0 0 g

【0139】凝集トナー粒子X-7の調製:下記の組成 を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトラタラックスT 50で複合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコ内★ ★の内容物を鏡針しながら5.0℃まで預熱し、5.0℃で3 0分間保持した。

樹脂分散液A-4

颜料分散液 B-4

能型削分散液C − 4

ポリ塩化アルミニウム10重置%水溶液

30g

2000

40g(約8%相当)

1.5g

(浅田化学社製)

【0140】その後、得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約4.8μmの凝集粒子が生成していることが確認された。ここに、樹脂分散液A-4を緩やかに100g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて52℃で1時間保持した。得られた内容物を光学顕微鏡で観察すると、約5.8μmの凝集粒子が生成していることが確認された。

【0141】その後、ことに1N水酸化ナトリウムを15g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて操持を継続しながら850まで加熱し、4時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄後、乾燥して凝集トナー粒子X-7の粒径をコールターカウンターで測定すると $5.9\mu$ mであった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは1.18であり、GSDpSは1.26であり、形状係数SF1は118のほぼ球形であった。さらに、この凝集トナー粒子X-7の表面性指標は1.80であった。

☆【0142】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-7 にキャボット製シリカTS720を1.2重置%外添混 合しトナー(X-7) を得た。トナー(X-2) と 実施例1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重置% となるように、混合し、現像剤2-7を調製した。得ら れた現像剤2-7、及びV500改造機を用いて、実施 例1と同様に、画質評価を行った。

【0141】その後、ことに1N水酸化ナトリウムを1 【0143】画質評価の結果、実施例4の現像剤2-75g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力 40 を用いると、鮮明かつ緻密な細線再現性を示す。かぶりシールを用いて攪拌を継続しなが685℃まで加熱し、4時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分 9%という高い値を示した。また、連続復写試験を10 万枚実施したが、画質の低下はみられなかった。

【() 144】(比較例4)

顔料分散液B-5の調製:下記組成を混合溶解し、ボールミル(11スケールガラスボール、体積率45%)により30時間分散し、中心位径65nmのマゼンタ顔料分散液B-5を得た。

マゼンタ顔斜R122

50g

特闘2001-255703

28

(ジメチルキナクドリン(大日本インク社製))

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC

5 g

200g

【() 1 4 5 】 凝集トナー粒子X - 8 の調製: 実施例4 で の凝集トナー粒子X-7の調製において、顔料分散液B - 4 を顔料分散液B - 5に代えた以外、実施例4と同様 な方法により凝集トナー粒子X-8を調製した。なお、 調製の途中で、樹脂分散液A-4を100g追加前後に 得られた粒子を光学顕微鏡で観察したところ、追加前が 約5. 0μmであり、追加後が約6. 0μmの粒子の生 10 【0148】画質評価の結果、比較例4の現像剤2-8 成が確認された。

27

イオン交換水

【0146】最終的に得られた凝集トナー粒子X-8の 粒径をコールターカウンターで測定すると6. θμπで あった。また、体積粒度分布の指標である体積GSDは 1. 22であり、GSDpSは1. 28であった。形状 係数SF1は130であり、駄形からはずれたジャガイ モ形状であった。電子顕微鏡で観察すると、表面に大き な凹凸を有していた。さらに、この凝集トナー粒子X-8の表面性指標は3、35であった。

\*にキャボット製シリカTS720を1、2重置%外添泥 合しトナー (X-8) を得た。トナー (X-8) と 箕槌倒1で用いたキャリアとを、トナー濃度が8重量% となるように、混合し、現像剤2-8を顕製した。得ら れた現像剤2-8、及びVS00改造機を用いて、実施 例1と同様に、画質評価を行った。

を用いると、やや細線再規が途切れた。ベタの埋まりも 悪い、かぶりの見られるマゼンタ画像が得られた。転写 効率を測定すると90.5%という。トナー形状の影響 を反映した、かなり低い値を示した。また、連続複写試 験を行ったが、2万5千枚でカブリが増加し中止した。 【 0 1 4 9 】なお、参照のために、実施例 1 ~ 4 及び比 較例1~4で用いた粒子の特性、及び画像評価の結果を

表しにまとめた。 [0150]

【0147】実施例1と同様に、凝集トナー粒子X-8\*29 【表1】

## 実施例1~4及び比較例1~4の評価結果

	4450.044							_
	表施例1	笑选例2	比較例1	実施例3	比较例2	比較多3	头签例4	比较5/4
製法	粉碎法	凝集法						
機能粒子ゼータ電位 mV		-55	-46	-66	-66	-66	-71	-71
黨型對体積平均粒径 nm		190	190	160	160	310	210	210
雅型剤 GSDVS	_ =	1.8	1.B	1.9	1.9	2.2	1.5	1.5
意型剤 GSDVL		1.5	1.5	1.8	1.8	2.1	1.7	1,7
额科体積平均粒径 nm		150	150	100	260	100	120	65
トナー平均粒径 gm	6.8	5.5	5.4	6.0	6.0	6.2	5.9	6.0
体積GSD	1.24	1.20	1.25	1.17	1.24	1.25	1.18	1.22
GSDpS	1.27	1.25	1.28	1.22	1.29	1,32	1.26	1.28
形状係数 SF1	145	115	119	118	116	120	118	130
表面性指導	3.22	1.56	2.20	1.50	2,65	2.88	1.80	3.35
べた画像の均一性	0		×	0	×	×	0	4
細線再現性	0	0	Δ	0	×	×	0	×
資品部かぶり	0	0	Δ	0	×	×	0	Δ
転写効率 %	87.5	99.2	95.2	99.9	94.4	93.5	99.9	90.5
達板複写故檢	0	0	×	0	××	××	0	×××

## 101511

【発明の効果】本発明により、すぐれた現像、転写性能 をもたらし、すぐれた性能安定性及び高画質高信頼性を もたらず静電荷像現像用トナー、静電荷像現像用現像剤※40 することもできる。

※及びそれらの製造方法、並びに画像形成方法を提供する ことができる。また、前記静電高像現像用トナーの製造 方法に適した樹脂微粒子分散液及び離型剤分散液を提供

フロントページの続き

(72)発明者 前畑 英雄

神奈川県南足柄市竹松1600香地 富士ゼロ ックス株式会社内

(72) 発明者 諏訪部 正明

神奈川県南足橋市竹松1600香地 富士ゼロ ックス株式会社内

(72)発明者 角倉 康夫

神奈川県南足柄市竹松1600香地 富士ゼロ ックス株式会社内

Fターム(参考) 2HG05 AA06 AB03 CA13 CA14 EA05 EA10 FA02